

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-254128

(43)公開日 平成7年(1995)10月3日

(51)Int.Cl.⁶

G 11 B 5/66

5/82

識別記号

序内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数3 FD (全5頁)

(21)出願番号 特願平6-69932

(22)出願日 平成6年(1994)3月14日

(71)出願人 000005810

日立マクセル株式会社

大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号

(72)発明者 鹿 肢

大阪府茨木市丑寅一丁目1番88号 日立マ
クセル株式会社内

(72)発明者 安達 和慶

大阪府茨木市丑寅一丁目1番88号 日立マ
クセル株式会社内

(72)発明者 石崎 修

大阪府茨木市丑寅一丁目1番88号 日立マ
クセル株式会社内

(74)代理人 弁理士 杉浦 康昭

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体

(57)【要約】

【目的】 記録再生特性、耐久性、耐食性に優れた磁気
記録媒体を提供すること。

【構成】 高分子プラスチック基体上に多結晶金属下地
層、Co基合金磁性層および保護層を順次積層した磁気
記録媒体において、高分子プラスチック基体と多結晶金
属下地層の間にセラミック層を設ける。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 高分子プラスチック基体上に多結晶金属下地層、Co基合金磁性層および保護層を順次積層した磁気記録媒体において、高分子プラスチック基体と多結晶金属下地層の間にセラミック層を設けたことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 請求項1記載の磁気記録媒体において、セラミック層は酸化チッ化物、炭化物であり、膜厚は、50Å以上、1μm以下、さらに望ましくは100Å以上、5000Å以下であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項3】 請求項1記載の磁気記録媒体において、高分子プラスチック基体は、案内溝とピット、もしくは案内溝、もしくはピットが形成されていることを特徴とする磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、磁気記録媒体に係わり、さらに詳しくは、その下地層の改良に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年の機器の小型化、情報量の増大に伴い、磁気記録装置においても、小型でかつ高記録密度のものが求められている。装置サイズを増すことなく記録密度を向上させるためには、面記録密度を上げることが必要で、そのためには記録波長をできるだけ小さく（すなわち線記録密度をできるだけ大きく）、および記録トラック巾をできるだけ小さく（すなわちトラック密度をできるだけ大きく）する必要がある。一方、磁気ディスクにおいては、トラック密度を高めるため、サーボを用いてヘッドの位置決め精度を上げている。サーボ用の情報は、通常は、ディスク装置組立て後、磁気的にディスク上に記録する方式をとるため、ヘッドの機械的位置決め精度により、その後の位置決め精度が決まる。そのため、トラック密度の向上をはかるためには、ヘッドの位置決めのための機械精度を高めねばならず、生産コストの上昇を招くという問題点があった。

【0003】 また、磁気ディスク装置では、磁気ヘッドのギャップ部分での洩れ磁界によって磁気記録媒体を磁化して記録を行うが、このとき、ギャップの側面にも磁界が洩れるため、情報の記録されているトラックとトラックの間、すなわちガードバード部分にも余計な記録（サイドフリンジング）を行ってしまい、この記録された情報を読み出すときには、隣接トラックのサイドフリンジングも読み出してしまうため、このサイドフリンジングの分がノイズとなる。記録密度を高めるためトラック巾を小さくしていくと、本来読み出すべきトラック巾に対し、フリンジ領域の割合が増すため、SNR（信号対ノイズ比）が減少するという問題もあった。

【0004】 上記問題を解決するため、サーボに関しては、ディスク作製時にあらかじめサーボ情報を光ディス

クで使用されているカッティングシステムを用いてピットという形で形成し、それを磁気的に読み出す技術（特開平3-86912）が、またサイドフリンジングに対しては、ガードバンド部分を溝とし、ノイズを減少させる技術の開発が進められている。

【0005】 上記ピットと溝を有する基体の作製方法としては、生産コストの面から、ピットと溝をあらかじめ金属板上に形成したスタンパを用い、ガラス上に塗布した紫外線硬化型樹脂上にピットと溝を転写するガラスP

10 hoto-Polymer（ガラス2P）法、もしくは、スタンパを円板状のディスクを成形できる金型にとりつけ、その中に樹脂を射出し、表面にピットと溝を形成した樹脂ディスクを作製する樹脂モールド法を用いている。

【0006】 これらガラス2P基板もしくは樹脂基板上に、従来の磁気ディスク同様、真空成膜法を用いてCrなどの金属多結晶下地膜を形成し、その上にCoNi、CoCrPt、CoCrTaなどのCo基合金磁性膜を形成する方法を用いると、樹脂中に含まれる水分、樹脂

20 の低分子量成分が成膜中に樹脂から放出されるため、それが金属多結晶下地膜の結晶配向を乱し、その上に成長するCo基合金磁性層の保磁力を減少させるという問題点があった。また、基板から水分、低分子量成分の放出があると金属多結晶下地膜の初期成長部分が微結晶化するため、基体と金属多結晶下地膜との密着性が悪くなり、耐食性およびヘッドと衝突した場合、剥離しやすくなる等の問題点があった。今までの磁気ディスクにおいては、基体は、Al-Mg合金、ガラス、カーボン等であるため、基板を成膜前に300°C以上に加熱することにより、十分脱ガスすることができたが、ガラス2P、樹脂ディスクでは、樹脂の耐熱温度が最高でも300°Cと低いため、真空中加熱という方法で脱ガスを行うことができなかつた。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 この発明は、上記従来技術が持っていた磁気記録層の低保磁力、剥離および腐食という欠点を解決し、以って記録再生特性、ヘッド摺動およびヘッド衝突に対する耐久性、耐食性に優れた磁気記録媒体を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】 高分子プラスチック基体と、金属多結晶下地膜との間にセラミック層を設けることにより、このセラミック層が高分子プラスチック基体から放出される水蒸気、プラスチックの低分子量ガス成分を遮断するため、上記問題点が解決される。ガス遮断のためであれば、金属下地膜の使用も可能である。しかし、金属膜を用いると、電池効果により腐食が加速されやすく、その他にも、機械的強度の面から見た場合、金属よりセラミックの方が硬いため、セラミックの方が望ましい。また、セラミック層は、その上に成長する金属

多結晶膜の結晶配向を乱さないようにするためにも、また、高分子プラスチック基体からのガスの遮断能力を上げるためにも、緻密な非晶質体、もしくは平均粒径50 Å以下の微結晶粒の集合体であることが特に望ましい。平均粒径が50 Åより大きくなると、金属多結晶下地膜の成長初期段階で、金属多結晶の一部がセラミック層の結晶粒にならって成長するようになり、金属多結晶下地膜の成長初期部の一部が微粒子化し、全体の結晶配向が乱される傾向にある。

【0009】セラミック層の厚さは、50 Å以上1 μm以下、さらには100 Å以上5000 Å以下の範囲にすることが特に望ましい。高分子プラスチック基体からの水蒸気、プラスチックの低分子量ガス成分の遮断のためには、セラミック層として50 Å以上が望ましい。

【0010】また、セラミック層の厚さが1 μmを越すと、膜の応力のため基板の反り、うねりが大きくなる傾向があるため、セラミック層の厚さは1 μm以下にすることが望ましい。

【0011】セラミック層の材質としては、緻密な膜構造をとる酸化物、チッ化物、炭化物系のセラミックが望ましい。具体的には、周期率表上、第3～第6周期、2 A族～4 B族の範囲の金属、半導体の酸化物、チッ化物、炭化物が望ましい。さらに具体的には、SiO_x、Si_xN_x、Si_xC_x、Si_xO_xN_xC_x、Al_xN_x、Si_xAl_xN_x、Al_xO_x、Si_xAl_xO_x、Si_xAl_xO_xN_x、Si_xAl_xO_xN_xC_x、Ti_xO_x、Ti_xN_x、Ti_xC_x、Zr_xO_x、Zr_xN_x、Zr_xC_x、Hf_xO_x、Hf_xN_x、Hf_xC_x、VO_x、VN_x、VC_x、Ta_xO_x、Ta_xN_x、Ta_xC_x、WO_x、WC_x、WN_x、Zr_xY_xO_x、Sc_xO_x、Cr_xO_x、などがある。これらは、スパッタ法により薄膜化できる。

【0012】セラミック層の上に形成する金属多結晶下地膜としては、Cr、Crに微量Ta、Ti、W、Zr、Hf、Nb、Vを添加した合金、Ti、Ta、Sc、V、Zr、Y、などがある。本発明で使用可能な磁性層としては、NiFe、CoNi、CoNiPt、CoPt、CoPtCr、CoCr、CoCrTa、CoCrTaCr、CoCrPtSi、CoV、CoMn、CoRe、Co基合金の他に、Co-CoO、Co-CoN、Ni-NiC複合磁性膜などがある。これら磁性*40

*膜もスパッタ法、真空蒸着法などの真空成膜プロセスで容易に形成できる。この磁性層の上には、ヘッドとの摺動時の耐久性保護膜として、C、SiO_x、ZrO_x、Co基合金酸化膜を形成し、その上にパーフロロアルキルポリエーテル、リン酸極圧剤、直鎖アルキル基を持つアルコール、その金属塩、エーテルなどの潤滑層を形成してもよい。

【0013】基体に用いる樹脂としては、ポリカーボネート、アモルファスポリオレフィン、ポリイミド、ポリアミド、ポリアシドイシド、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、アクリル樹脂などがある。

【0014】

【実施例】

実施例1

射出圧縮成形機で成形したアモルファスポリオレフィン樹脂製ディスク（直径2.5インチ、厚さ1.5 mm）を基体として、インライン式スパッタ装置を用いて、チッ化シリコン層を1000 Å、Cr層を1000 Å、CoCrPt層を500 Å、カーボン保護膜を150 Å順次積層し、ディスクを作製した。チッ化シリコン層は、単結晶シリコンターゲットをAr-N₂混合ガス（混合比Ar:N₂=9:1）を用いて、真空度0.2 Pa、投入パワー2 kWで、Cr層は、CrターゲットをArガスを用いて真空度0.3 Pa、投入パワー1.5 kWで、CoCrPt層は、Co₈₆Cr₁₀Pt₄合金ターゲットをArガスを用いて真空度0.1 Pa、投入パワー1 kWで、カーボン層は、カーボンターゲットを用いて真空度0.2 Pa、投入パワー500 Wでスパッタした。

【0015】比較例1

実施例1と同じ基板、同じ条件でスパッタを行い、ただしチッ化シリコン層は形成しないでディスクを作製した。

【0016】実施例1および比較例1から10 mm×10 mmの試料ディスクの半径20 mmの位置から切り取り、試料振動型磁力計で磁気特性を調べた。結果を表1に示す。

【0017】

【表1】

	残留磁気モーメント (emu/cm ²)	保磁力 (Oe)	角形比
実施例1	3×10 ⁻⁴	2000	0.75
比較例1	2.8×10 ⁻⁴	1500	0.7

【0018】実施例の方が、保磁力および角形比が大きい。

【0019】実施例1および比較例1のディスクのSNRおよびノイズを薄膜リングヘッドを用いて測定した

使用した薄膜リングヘッドのギャップ長は、0.38 μm、トラック巾10 μm、コイルの巻き数30 turnである。測定は、半径20 mmのところで、ディスク回転数3600 rpmで行った。両ディスクには、ヘッド

の摺動に対する耐久性を上げる潤滑剤としてパーフロロアルキルポリエーテルをスピンドル法により塗布した。SNRおよびノイズは、50 kHzの信号を書き込んだ後、同一ヘッドで記録パターンを読み出し、その出力をスペクトルアナライザに取り込んでシグナル

(S) とノイズ (N) を求めた。ノイズを求める時、積分帯域を 20 MHz とした。表2に実施例1および比較例1のノイズおよびSNRを示す。

【0020】

【表2】

	ノイズ (μ Vrms)	SNR (d b)
実施例1	1.3	24
比較例1	1.8	21

【0021】実施例1の方が比較例1よりもノイズ成分が小さく、SNRが大きい。これは、先に述べたように実施例1の方が保磁力が大きいためである。

【0022】実施例1と比較例1について、コンタクトスタートストップ (CSS) に相当する耐久性を調べるために、70%Al₂O₃-TiC製スライダを荷重1 g、回転数100 rpmで、ディスク半径20 mmのところを摺動した。ディスクの破壊は、スライダとディスク表面間の動摩擦係数が0.4を超えたところとした。両ディスクの動摩擦係数の初期値は0.21であった。この摺動試験において実施例は1000 passで動摩擦係数が0.4を超えたのに対し、比較例は600 passであった。この結果より、実施例1の方が比較例1よりヘッドの摺動に対し耐久性があることがわかる。600 pass後の比較例1のディスク表面のスライダ摺動部には、基板にまで達する傷が入っていたのに対し、1000 pass後の実施例1のディスク表面にはカーボン保護膜に小さな傷が入っているだけであった。

*

*【0023】実施例2~7

射出圧縮成形機で成形したポリカーボネート樹脂製ディスク（直径3インチ、厚さ2 mm）を基体として、インライン式スパッタ装置を用いて、チッ化アルミニウムシリコン (AlSiN) 層を、厚さD (D=50, 100, 500, 1000, 5000, 10000 Å (=1 μm))、CrW層を2000 Å、CoCrTa層を500 Å、酸化シリコン保護膜を200 Å順次積層し、ディスクを作製した。チッ化アルミニウムシリコン層は、

10 Al 50 a t. % - Si 50 a t. % 焼結体ターゲットを、Ar-N₂混合ガス（混合比Ar:N₂=8:2）を用いて、真空度0.3 Pa、投入パワー2 kWで、CrW層は、Cr 95 a t. % - W 5 a t. % 焼結体ターゲットを、Arガスを用いて、真空度0.2 Pa、投入パワー1.5 kWで、CoCrTa層は、Co₈₆Cr₁₂Ta₂合金ターゲットを、Arガスを用いて、真空度0.1 Pa、投入パワー1 kWで、酸化シリコン層は、Si多結晶ターゲットを、Ar-O₂混合ガス（混合比Ar:O₂=8:2）を用いて、真空度0.3 Pa、投入パワー500 Wでスパッタした。

【0024】実施例8~9

実施例2~6と同じ基板、同じ条件でスパッタを行い、AlSiN層の厚さDがD=40 Å、1.5 μmのディスクを作製した。

【0025】実施例1と同様に、磁気特性、ノイズ、SNRおよびCSSサイクル回数を測定した。その他に、基板外周（半径37 mm）で、基板の面振れ量をフォトニックセンサを用いて測定した。各ディスクに、潤滑剤としてtricresylphosphate (TCP: (CH₃C₆H₄O)₃PO) を溶媒に溶かし、スピンドルコートした。

【0026】

【表3】

	AlSiN (Å)	保磁力 (Oe)	角形	ノイズ (μ Vrms)	SNR (d b)	摺動回数 (pass)	面振れ (amp-p)
実施例2	50	1400	0.62	1.51	24.0	700	14 μm
実施例3	100	1450	0.63	1.43	24.5	820	15 μm
実施例4	500	1600	0.65	1.33	25.0	940	15 μm
実施例5	1000	1800	0.68	1.20	26.0	1100	17 μm
実施例6	5000	1800	0.68	1.20	26.0	1050	18 μm
実施例7	10000	1800	0.68	1.30	25.0	900	20 μm
実施例8	40	1200	0.60	1.7	23.0	550	14 μm
実施例9	15000	1850	0.70	1.45	24.5	500	25 μm

【0027】表3から分かるように、セラミック層 (AlSiN層) を50 Å~10000 Å (=1 μm) の範囲で設けたdisk、実施例2~7は、セラミック層が

厚さが50 Å未満（実施例8）および10000 Åより大きい（実施例9）diskに比べ、ノイズ、SNR、ヘッドの摺動の耐久性において優れている。実施例9に

おいて、ヘッド摺動に対する耐久性が劣化したのは、ディスク基板のうねりが大きく、ヘッドとディスク表面との衝突頻度が増したためである。

【0028】比較例2

実施例2～6と同じポリカーボネイト基体上に、セラミック層の代りに、延性、展性に富むAuを1000Å形成し、その上に実施例2～6と同様、CrW層を200Å、CoCrTa層を500Å、酸化シリコン保護膜を200Å順次積層したディスクを作製した。

【0029】耐食性を調べるため、実施例2、5、8と比較例2のディスクを、3.5インチ用ハードディスクドライブに組み込み、このドライブを80°C相対湿度90%の雰囲気下に100時間放置し、放置前後での目視による腐食の有無、磁気特性およびヘッド摺動に対する耐久性を調べた。

【0030】表4に、80°C 90%RH環境下放置後ディスクの保磁力の変化と、ヘッド摺動に対する耐久性を実施例1で用いたのと同じ方法で測定した結果を示す。

【0031】

【表4】

	△Hc (Oe)	摺動回数 (pass)
実施例2	200	650
実施例5	100	1000
実施例8	500	100
比較例2	600	80

$$\Delta Hc = Hc_{\text{c}} - Hc_{\text{100}}$$

Hc_c : 80°C 90%RH環境下放置前の保磁力 30

Hc_{c100} : 上記環境下100時間放置後の保磁力 *

フロントページの続き

(72)発明者 大貫 健

大阪府茨木市丑寅一丁目1番88号 日立マ
クセル株式会社内

* 【0032】目視については、実施例5のディスクには腐食痕は0、実施例2では10コ(直径3～5mm)であったのに対し、実施例8では実施例2と同程度の腐食痕が12コ(直径3～5mm)の他、ディスク前面に微小な腐食痕(直径1mm以下)が見られた。

【0033】また、比較例2では、実施例2と同程度、もしくはそれより大きい腐食痕が20コ(直径3～10mm)の他、実施例8と同様ディスク全面に無数の微小な腐食痕が観察された。

10 【0034】上記の結果から分かるように、高分子プラスチック基体と金属多結晶下地膜の間にセラミック層を50μm以上形成することにより耐食性がより向上している。

【0035】

【発明の効果】以上説明したように、本発明では、高分子プラスチック基体と金属多結晶下地膜との間にセラミック層を形成することにより、記録再生特性、ヘッド摺動、衝突に対する耐久性、および耐食性に対して効果がある。

[0008]

[MEANS TO SOLVE THE PROBLEMS]

The above-cited problems are solved by providing a ceramic layer between a macro-molecular plastic substrate and a polycrystalline metal under-layer because this ceramic layer blocks the water vapor and gaseous ingredients of low molecular weight of the plastic released from the macro-molecular plastic substrate. For the purpose of gas blocking, a metal under-layer may be used. However, when a metallic coating is used, erosion tends to be accelerated by a galvanic effect. In addition, from the viewpoint of mechanical strength, ceramic is harder than metal. Accordingly, ceramics are more preferred. Such a ceramic layer preferably consists of a dense amorphous matter or, in particular, the aggregate of minute crystal grains with an average grain diameter not exceeding 50 Å, in order not to disturb the crystalline orientation of the polycrystalline metal layer which is to be grown thereon subsequently and in order to enhance the blocking capability against the gases from the macro-molecular plastic substrate. With average grain diameters larger than 50 Å, part of the polycrystalline metal tends to grow following the crystal grains of the ceramic layer at the initial growth stage of the polycrystalline metal under-layer whereby a fraction of the initially grown portion in the polycrystalline metal under-layer becomes fine grains

causing the entire crystal orientation to be disturbed.

[0011]

As the material for the ceramic layer, those capable of forming a dense film structure are preferred including oxide-, nitride and carbide-based ceramics. Specifically, with reference to the periodic table, the oxides, nitrides and carbides of the metals or semi-conductors belonging to the third to sixth periods and group 2A to 4B are preferred. And more specifically, SiO_x , SiN_x , SiC_x , $\text{SiO}_x\text{N}_y\text{C}_z$, AlN_x , SiAl_xN_y , AlO_x , SiAl_xO_y , $\text{SiAl}_x\text{O}_y\text{N}_z$, $\text{SiAl}_x\text{O}_y\text{N}_z\text{C}_w$, TiO_x , TiN_x , TiC_x , ZrO_x , ZrN_x , ZrC_x , HfO_x , HfN_x , HfC_x , VO_x , VN_x , VC_x , TaO_x , TaN_x , TaC_x , WO_x , WC_x , WN_x , ZrY_xO_y , ScO_x , CrO_x , etc. are included. These compounds can be fabricated into the form of thin film by sputtering.

[0012]

The polycrystalline metal under-layer to be provided on the ceramic layer can be made of Cr, Cr alloys in which a trace of Ta, Ti, W, Zr, Hf, Nb, or V is incorporated, Ti, Ta, Sc, V, Zr, Y, etc. Magnetic layers that can be used in the present invention may be made of NiFe, CoNi, CoNiPt, CoPt, CoPtCr, CoCr, CoCrTa, CoCrTaCr, CoCrPtSi, CoV, CoMn, CoRe, and other Co-based alloys, and may also be complex magnetic layers comprising Co-CoO, Co-CoN, and Ni-NiC, etc.

These magnetic films can also be prepared by vacuum film-forming processes such as sputtering, vacuum deposition, etc. with ease. Further thereon, a layer comprising C, SiO_x ,

ZrO_x , or an oxidized layer of a Co-based alloy may be provided as a durable protective layer resistant to the abrasion with a magnetic head. And, on such a protective layer, a lubricating layer made of a perfluoroalkyl polyether, a phosphoric acid extreme pressure agent, an alcohol having a straight-chain alkyl group, the metal soap thereof, an ether, etc. may be further provided.

[0013]

The resin used for the substrate includes polycarbonate, amorphous polyolefin, polyimide, polyamide, polyacidimide, poly(ethylene terephthalate), poly(ethylene naphthalate), an acrylic resin, etc.